

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-220383

(43)Date of publication of application : 31.08.1993

(51)Int.Cl.

B01J 13/00
A61K 7/00
A61K 7/06
A61K 9/06
A61K 9/107
A61K 47/44
C09G 1/00

(21)Application number : 03-053370

(71)Applicant : L'OREAL SA

(22)Date of filing : 25.02.1991

(72)Inventor : VANLERBERGHE GUY
NICOLAS-MORGANTINI LUC
ALAIN LETY

(30)Priority

Priority number : 90 9002295 Priority date : 23.02.1990 Priority country : FR

(54) FLUID COMPOSITION CONTAINING MICRODISPERSION OF WAX AND CATIONIC SURFACTANT, ITS PRODUCTION AND ITS APPLICATION**(57)Abstract:**

PURPOSE: To use a liquid composition as a surface coating layer of plastic and lotion for the hair by constituting particles which are the microdispersion in the liquid composition of a mixture composed of a specific amount of wax, a specific amount of a cationic emulsifier and in some cases a specific amount of oil and/or liposoluble active component.

CONSTITUTION: A stable microdispersion of which the dispersion phase is composed of particles below 0.5 μ is obtained as the liquid composition existing in the form of the dispersion of wax in a fluid vehicle composed of a single phase. The particles are composed of the mixture composed of at least one kind of the wax, at least one kind of the cationic emulsifier and in some cases at least one kind of the oil and/or liposoluble active component. The mixture has a final melting point higher than 50° C and lower than 100° C. The composition contains 0.1 to 40 wt.% wax and 0.01 to 25 wt.% emulsifier. The composition is so formulated that the concentration of the oil is below 30 wt.% of the weight of the wax or the mixture of the wax if the oil exists in the composition.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.02.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3315129

[Date of registration] 07.06.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-220383

(43)公開日 平成5年(1993)8月31日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 J 13/00	B	7310-4C		
A 6 1 K 7/00	N	9165-4C		
	R	9165-4C		
	J	9165-4C		
	C	9165-4C		

審査請求 未請求 請求項の数24(全 11 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願平3-53370	(71)出願人	590005818 ロレアル フランス国、パリ、8。リュ・ロイアル、 14
(22)出願日	平成3年(1991)2月25日	(72)発明者	グイ・ヴァンレルベルジュ フランス国、77410-モンタイ・ラ・ツー ル、リュ・デュ・ジェネラル・ド・ゴール (番地その他表示なし)
(31)優先権主張番号	9 0 0 2 2 9 5	(72)発明者	ルツク・ニコラス・モルガンティニ フランス国、60810-ールリイ、リュ・デ ユ・ヴィーニュ、5
(32)優先日	1990年2月23日	(74)代理人	弁理士 八木田 茂 (外2名)
(33)優先権主張国	フランス(FR)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ロウとカチオン系表面活性剤との微小分散物を含有する流体組成物、その製造及びその応用

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 ロウの微小分散物を含有する流体組成物の提供。

【構成】 単一相で構成される流体ビヒクル中のロウの分散物の形で存在する流体組成物であって、分散相は0.5 μ m未満の粒子で構成される安定な微小分散物であり、該粒子は少なくとも1種のロウと少なくとも1種のカチオン系乳化剤と場合によっては少なくとも1種の油及び／又は少なくとも1種の油性活性成分との混合物からなり、該混合物は50℃より高く、100℃より低い最終融点を有し、該組成物は0.1～40重量%のロウと0.01～25重量%の乳化剤とを含有し、油が存在する場合にはその濃度はロウ又はロウの混合物の重量につき30重量%以下である、流体組成物。

【効果】 上記流体組成物は、プラスチックの表面被覆層、毛髪用ローションとして使用できる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 単一相で構成される液体ビヒクル中のロウの分散物の形で存在している流体組成物であって、分散相は0.5 μ m未満の大きさの粒子を含有している安定な微小分散物であり、該粒子は少なくとも1種のロウと少なくとも1種のカチオン系乳化剤と場合によっては少なくとも1種の油及び／又は少なくとも1種の油溶性活性成分との混合物から本質的になり、該混合物は50℃より高く100℃より低い最終融点を有し、該組成物は0.1～40重量%のロウと0.01～25重量%の10 乳化剤とを含有し、油が存在する場合にはその濃度はロウ又はロウの混合物の重量につき30重量%以下である、流体組成物。

【請求項2】 非イオン系表面活性剤を含有しない請求項1記載の組成物。

【請求項3】 アニオン系表面活性剤を含有しない請求項1記載の組成物。

【請求項4】 アニオン系及び非イオン系表面活性剤に含有しない請求項1記載の組成物。

【請求項5】 乳化剤は第4級アンモニウム誘導体である請求項1記載の組成物。20

【請求項6】 乳化剤は11～16のHLB値を有する請求項1記載の組成物。

【請求項7】 カチオン系乳化剤は0.1～10重量%の濃度で存在する請求項1記載の組成物。

【請求項8】 油が存在する時には、その濃度はロウ又はロウの混合物の重量について10重量%未満である請求項1記載の組成物。

【請求項9】 油を含有しない請求項1記載の組成物。

【請求項10】 前記のロウはカルナウバロウ、カンデリラロウ、アルファロウ及びこれらの混合物よりなる群から選ばれる請求項1記載の組成物。30

【請求項11】 前記のロウはカルナウバロウ、カンデリラロウ又はこれの混合物以外に別のロウ又は該別のロウの混合物を含有する請求項10記載の組成物。

【請求項12】 別のロウはパラフィンロウ、オゾケライト、水添ジョジョバロウ、米ロウ又は場合によってはエステル化した蜜ロウである請求項11に記載の組成物。

【請求項13】 別のロウはセラミドである請求項11 40 記載の組成物。

【請求項14】 カルナウバロウ及び／又はカンデリラロウの重量割合はロウの全重量について50%以上である請求項11記載の組成物。

【請求項15】 液体ビヒクルは液相の重量につき70～100重量%の水を含有する請求項1記載の組成物。

【請求項16】 液体ビヒクルは水よりなる請求項1記載の組成物。

【請求項17】 ロウ／乳化剤の重量比は1～20の範囲にある請求項1記載の組成物。50

【請求項18】 ロウ／乳化剤の重量比は2～10の範囲にある請求項17記載の組成物。

【請求項19】 少なくとも1種の、ロウの非乳化性で両親媒性の化合物例えばコレステロール及び炭化水素が少なくとも12個の脂肪アルコールをロウと組合せ、両親媒性化合物の濃度はロウの重量について30重量%以下、特に10重量%以下である請求項1記載の組成物。

【請求項20】 油溶性活性成分が存在する時にはその濃度はロウ又はロウの混合物について30重量%以下、特に10重量%以下である請求項1記載の組成物。

【請求項21】 乳化剤は別として粒子中のロウ及び場合によっては存在する非乳化性の両親媒性化合物の重量割合は90%以上、特に95%以上である請求項1記載の組成物。

【請求項22】 油溶性の活性成分は油溶性の着色剤及び紫外線の有害作用に対して保護作用を与える油溶性の物質から選ばれる請求項1記載の組成物。

【請求項23】 毛髪用ローションの形で構成される請求項1記載の組成物。

【請求項24】 場合によっては油及び／又は油溶性物質を添加したロウと乳化剤との混合物を、該混合物の熔融温度よりも高いが100℃を越えない温度で、場合によっては一部分の水の存在下に溶解が完了するまで、加熱し、次いで水性連続相中にロウの微小エマルジョンが形成されるまで前記の温度に少なくとも等しい温度に加熱した水又は残りの水を攪拌により徐々に添加し、次いでロウの微小エマルジョンを室温にまで冷却させこれによってロウの微小分散物を生成することからなる、請求項1記載の流体組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はロウ即ちワックスの微小分散物 (microdispersion) を含有する流体組成物、その製造方法及びその応用に関する。

【0002】

【従来の技術及び問題点】 仏国特許出願第77, 327 62号 (特許公告第2, 369, 340号) は38～150℃の融点を有するロウを95%まで含有して0.1～200 μ mの平均直径の微細粒子を含有する固体、液体又はペースト状香料入り組成物を開示している。これらの粒子は香料用のビヒクルとして役立つように意図され、香料は該粒子の1～75重量%を成している。該粒子の大きさは1～100 μ mであるのが好ましく、5～50 μ mであるのがより好ましい。これらの粒子はカチオン系表面活性剤を含有する担体又は組成物に配合される。固体粒子の成分は、製造される組成物が液体組成物である時には場合によっては別の成分を存在させながら機械的に碎片にし次いで粉碎する。粉碎生成物は混合により固体又は液体の担体に配合し得る。得られる組成物はペースト、クリーム又は液体組成物の形で提供されし

かも繊維品の状態調整（コンディショニング）並びに毛髪の状態調整即ち調髪に有用である。

【0003】或る油分を有する微小エマルジョン及び或るロウを有する微小分散物であってしかも安定で後者については懸濁した粒子の凝結又は沈降なしに水で無限に希釈できる微小エマルジョン又は微小分散物が得られることも知られている。ロウの微小分散物はアニオン系又は非イオン系表面活性剤の存在下にしかも場合によっては一部分の水も存在させてロウを溶解させ次いで攪拌しながら温水を徐々に添加することにより得られる。油中水型エマルジョンが中間段階で生成し、続いて相の反転により水中油型エマルジョンが最終的に得られる。冷却すると、固体のコロイド状ロウ粒子の安定な微小分散物が得られる；例えばL. M. Princeの“Microemulsions Theory and Practice” Academic Press (1977) 21～32頁参照。これらのロウ微小分散物は皮革物品の艶出し並びにプラスチック材料面の被覆に特に使用される。

【0004】ロウは、一般に或る程度の塑性を有して、水に不溶で油分に可溶で、耐水性のフィルムを形成できる、常温（21℃）で固体の天然物質（動物質又は植物質）又は合成物質である。これらロウの定義は例えばP. D. Dorganの“Drug and Cosmetic Industry” (1983) 30～33頁及びH. W. Hibbotの“Handbook of Cosmetic Science” Pergamon Press (1963) 60頁に挙げることができる。

【0005】本発明においては「微小分散物」とは以下に記載した方法により又は同様な方法によって得られる分散物を呼ぶ。

【0006】今般見出された所によれば、かかる微小分散物は先に記載された方法においてアニオン系又は非イオン系の表面活性剤の代りにカチオン系表面活性剤を使用することにより得られる。

【0007】得られる新規な組成物は興味ある特性を示す。即ち、例えば該組成物は皮革物品用の保持剤（自己光沢生成物）として、主としてプラスチックの表面被覆層として又は持続性の光輝を付与する家具に又は繊維品のコンディショニング剤として使用できる。

【0008】これらの組成物は化粧料組成物の担体として又は化粧料組成物として且つ特に毛髪用ローションとしても使用できる。これらのローションは、それらが主要な活性成分としてロウを含有する、換言すれば脂肪性物質と分類される物質を含有するとしても、毛髪に脂肪性外観を付与せずむしろ毛髪に脂肪性外観の出現を遅延させるという驚くべき特性を主として示す。

【0009】更にはカチオン系乳化剤の存在下でロウの微小エマルジョンが得られることは自明ではなかった。

組成物中に不可避免的に存在し且つ単独で又は別のロウとの混合物として使用されるロウは殆んど常に遊離の脂肪酸を含有することが實際上知られている。それ故、カチオン系表面活性剤とアニオン系特性をもつロウとの間で非混和性の問題があると予期しえたからである。

【0010】

【問題点を解決するための手段、作用及び効果】従って、本発明によると、単一相で構成される液体ビヒクル中のロウの分散物の形で存在している流体組成物であって、分散相は0.5μm未満の大きさの粒子を含有している安定な微小分散物であり、該粒子は少なくとも1種のロウと少なくとも1種のカチオン系乳化剤と場合によっては少なくとも1種の油及び／又は少なくとも1種の油性活性成分との混合物から本質的になり、該混合物は50℃より高く100℃より低い最終融点を有し、該組成物は0.1～40重量%のロウと0.01～25重量%の乳化剤とを含有し、油が存在する場合にはその濃度はロウ又はロウの混合物の重量につき30重量%以下である、流体組成物が提供される。

【0011】本発明により用いたロウ又はロウの混合物は、後記の方法によりカチオン系の乳化剤と組合せて、0.5μm未満の粒径の安定な微小分散物を提供できるものでなければならない。使用しえるロウ又はロウの混合物は簡単な定常実験により選択できる。

【0012】特定の具体例においては、本発明の組成物は次の特性を単独で又は組合せて示すことができる；

(イ) ロウはカルナウバロウ、カンデリラロウ、アルファロウ及びこれらの混合物から選んだロウである；

(ロ) ロウはカルナウバロウ又はカンデリラロウ又はこれらの混合物に加えて別のロウ又は別のロウの混合物例えばパラフィンロウ、オゾケライト、水添したジョジョバロウ、場合によってはエステル化した蜜ロウ、米ロウ又は不飽和セラミドを含めてのセラミドの如き別のロウを含有し；かかる混合物中のカルナウバロウ及び／又はカンデリラロウの重量割合は50%以上であるのが好ましい；

(ハ) 組成物中のロウの割合は0.1～20重量%で変化でき、特に1～20重量%で変化できる；

(ニ) カチオン系乳化剤は11～16のHLB値を特徴とし；好ましいカチオン系表面活性剤は第4級アンモニウム誘導体であり；かかるカチオン系表面活性剤の例は以下の実験部分で提供される；

(ホ) 乳化剤は0.1～10重量%の濃度で存在する；

(ヘ) 液体ビヒクルは液相の重量に関して40～100重量%の水を含有する； (ト) 水性ビヒクルは水からなる；

(チ) ロウ／乳化剤の重量比は1～20の範囲、特に2～10の範囲で変化できる；

(リ) 油性の活性成分は例えば油性の着色剤又は油性の遮光剤（紫外線の有害な作用に対して皮膚及び／

5

又は毛髪の如き基質に保護を付与しうる物質)であり;油溶性の活性成分はそれが存在する時にはロウ又はロウの混合物に対して30重量%以下、一般には10重量%以下である;

(ヌ) 少なくとも1種の両親媒性(amphiphilic)化合物(ロウの非乳化性)例えばコレステロール、少なくとも12個の炭素原子を含有する脂肪アルコール等はロウと合することができ;両親媒性化合物の濃度はロウに関して30重量%以下特に10重量%以下である;

(ル) 組成物は油を含有せず又は実際上油の濃度はそれが存在する時にはロウ又はロウの混合物の重量について10重量%以下であり;代表的で有用な油は以下の実験部分に挙げられる油がある;

(オ) 乳化剤は別として粒子中のロウと場合によっては存在する非乳化性の両親媒性化合物との全重量割合は一般に90%以上であり、より多くは95%以上であり;残部は油と場合によっては存在する油溶性の成分である。

【0013】本発明の組成物は非イオン系及び/又はアニオン系表面活性剤を含有しないのが好ましい。

【0014】カルナウバの植物ロウ(Copernicia Ceriferaのエクス)、カンデリラの植物ロウ(Euphorbia Cerifera及びPedilanus Pavonisのエクス)及びアルファの植物ロウ(Stipa Tenacissimaのエクス)は市販の商品である。

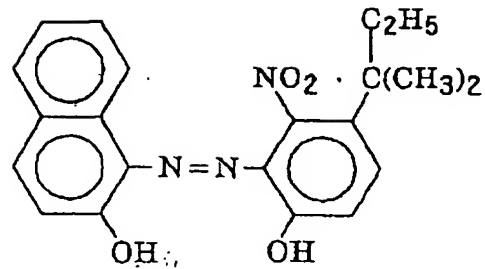
【0015】セラミド(ceramide)は角質層の角質細胞間の空間(intercorneocytary spaces)を含有する主要脂質である。セラミドは、特にDowningによりScience(1982)18巻1561~2頁に記載されている。セラミドは老化防止剤として及び水和剤として化粧品組成物に特に用いられる;例えば日本特許出願第87.176907号参照。毛髪用組成物においてはセラミドは毛髪保護剤として作用する;例えば欧州特許出願第0278505参照。

【0016】これらのセラミドは化粧品組成物中に分散させるのが困難である。本発明を実施した結果としてセラミドを高濃度で分散させることができる。

【0017】場合によっては存在する油溶性の着色剤には例えば次の成分がある;1-ニトロ-3-アミノ-4-イソプロピルアニリン、1-ニトロ-2-メチル-3-メチルアミノ-4-メチルアニリン、3-ニトロ-4-ブチルアミノフェノール、4-ヒドロキシ-3-メチルフェニルアゾベンゼン、次式:

【0018】

6



【0019】を有する化合物。

【0020】本発明の組成物中に場合によっては存在する代表的な油溶性の遮光剤は特に次の入手し得る化合物を挙げ得る:3-ベンジリデン-d,1-樟腦、3-(4'-メチルベンジリデン)-d,1-樟腦、アミル4-(ジメチルアミノ)ベンゾエート、アミル及びイソアミル p-メトキシシナメート及びメチルサリチレート。

【0021】本発明の組成物の利点の1つはこれらの油溶性成分を水性媒質中で利用できることである。

【0022】本発明の組成物はまた別成分を添加し得る組成物用の担体を成し得る。

【0023】本発明により得られた組成物は特に1種又はそれ以上の慣用の副成分例えば増粘剤、pH改質剤、香料、防腐剤又は静電防止剤を含有できる。

【0024】増粘剤は、用いたカチオン系表面活性剤と混和性でなければならない。増粘剤は組成物の粘度が25℃で約25ポイズ(又は2.5Pa.s)に少なくとも等しい(Contraves粘度計、測定体No.3,回転時間10分,200rpm)ような濃度で使用される。

【0025】使用できる香料はロウに可溶性であるか又は水に分散性又は可溶性である通常の香料であり、特に水に分散性又は可溶性である香料である。香料は一般に5重量%を越えない濃度で使用する。

【0026】場合によっては存在する防腐剤には例えばジメチロールジメチルヒダントイン及びイミダゾリジニル尿素誘導体がある。防腐剤は通常の有効量で使用する。

【0027】本発明の組成物のpHは例えば1~13で変化でき3~11であるのが好ましい。pHは場合によっては通常のpH調節剤を用いて調整できる。

【0028】本発明の組成物は加熱下に微小エマルジョンを生成することにより得られる。より詳しく言えば、本発明の組成物は、場合によっては油及び/又は油溶性物質を添加したロウと乳化剤との混合物を該混合物の熔融温度より高いが100℃より低い温度に、場合によっては一部分の水を存在させながら完全に溶解するまで加熱し、次いで前記の温度に少なくとも等しい温度にさせた水又は残りの水を水性連続相中に微小エマルジョンが生成されるまで攪拌により徐々に添加し、次いで微小エマルジョンを室温に冷却させてロウの微小分散物を生成

することを主として特徴とする方法によって得られる。

【0029】本発明の組成物の場合によっては存在する副成分は状況に応じて原料化合物に添加するか又は目的とされる組成物に添加される。油性成分は一般に微小分散物の生成中にロウに添加される。

【0030】不揮発性の水溶性成分は場合によっては微小分散物の生成に用いた水に添加し得る。

【0031】本発明より得られた皮革物品、家具又は表面被覆用の自己光沢組成物は吸収性の塗布器例えばフェルト又は膨脹したプラスチックフォームを用いて常法により塗布される。組成物はまた噴霧によっても施用できしかも処理表面を柔らかな織物でこすることによって延展できる。

【0032】本発明により得られた繊維品コンディショニング組成物はゆすぎ用の液体と混合することにより施用される。

【0033】本発明の化粧料組成物は特に整髪ローションとして且つ脂肪性毛髪を有する被検者の毛髪外観を改善するのに意図されたローションとして使用できる。本発明の組成物はシャンプー前又は後に毛髪を乾燥させ且つ清潔にするのに施用できる。該組成物はゆすぎでもゆすぎなくても良い。

【0034】本発明の組成物をシャンプー前に又は後に施用する時には施用に続いて水でゆすぐか又はゆすがず、該組成物は毛髪を整然とさせしかも整髪に良い手入れと量感とを付与する。更には該組成物は脂じみた毛髪の被検者に見られる毛髪の再脂肪性化現象を遅延させる。

【0035】この再脂肪性化現象を防止するためには本発明の組成物は、洗浄した後に乾燥させた毛髪に施用でき、特に毛根に近い毛髪の部分に施用できる。この場合には、組成物はゆすぎを行なわない。ゆすぎを行なわないにも拘らず組成物は毛髪に粘着性の触感を付与せずしかも毛髪の糊固着現象を生起しないことが認められる。

【0036】組成物中にロウが存在するにも拘らず、ゆすぎを行なわなくても毛髪に脂肪性外観を付与しない。更には組成物中に高割合の水が存在するにも拘らず、毛髪の乾燥には何らの問題も生起せず迅速に行われるものである。

【0037】本発明の組成物が油性の着色剤を含有する時には、毛髪を染色する組成物として使用できる。 *

* 【0038】あらゆる割合で水で希釈できる本発明の組成物担体は高割合のロウ例えば1~40重量%のロウを含有する濃厚な組成物担体の形で提供できることを認めるのが適当である。これらの濃厚な組成物担体は例えば0.1~10%のロウ濃度を得るために使用時に希釈できる。副成分は濃厚組成物の場合には希釈後に添加できる。

【0039】本発明により得られた組成物担体は一方では、使用時に希釈される前述した濃厚な微小分散物であり、他方では使用時に副成分を添加できる非濃厚性微小分散物（少なくとも水とロウと表面活性剤とを含有する）である。

【0040】本発明はまた処理すべき毛髪又は毛髪の一部を含浸させるに十分な量で前述の如き組成物を少なくとも毛根近くの毛髪部分に施用することを特徴とする、整髪の手入れ及び量感を改善し及び／又は毛髪の脂肪性外観の出現を抑制又は遅延させるのに意図した毛髪の化粧処理法に関する。

【0041】この毛髪化粧処理法は以下に示した如く実施される。

【0042】本発明を次の実施例により説明するが、これに限定されるものではない。

【0043】

【実施例】

実施例1~20

ロウの微小分散物の製造例

ロウの微小分散物の製造方法は次の如くである：ロウとカチオン系乳化剤とを混合し、良好な均質化を達成するために温和に攪拌しながら該混合物を約90℃に加熱した。続いて90℃に前もって加熱した水を攪拌下に添加し、微小エマルジョンが得られた。ロウの微小エマルジョンを室温に戻し、その時に微小分散物（マイクロディスパーション）を形成した。

【0044】カルナウバロウ（組成物全量につき10重量%）及び種々のカチオン系乳化剤を用いて得られた効果を表1に要約する。

【0045】懸濁した粒子に関する粒度計での粒度測定（流体力学的な平均直径）は25℃でコールター（Coulter）N4のレーザー粒度計を用いて光の擬弾性拡散により実施した。

【0046】

表 I

実施例	乳 化 剤	濃度 (重量%)	粒子の平均直径 (nm)
1	セチルトリメチルアンモニウム (CTA)ブロマイド	3.33	68
2		3.79	60
3		2.84	149
4		3.00	74
5	CTAクロライド	3.33	106
6	CTAオキサレート	3.42	79
7	CTAガレート	4.72	50
8	CTAサリチレート 〃 〃	1.75	162
9		2.63	41
10		4.38	15
11	セチルピリジニウム(CP) ブロマイド	4.18	43
12	CPクロライド	3.72	45
13	セチルジメチルベンジル アンモニウム(CDBA) クロライド	4.31	25
14	セチルアザビシクロオクタゾ ニウムサリチレート	4.94	30
15	アークアド (Arquad) 16-50 *	3.33	286
16	アークアド 18-50 *	3.62	303
17	アークアド T-50 *	3.62	243
18	アークアド 2C-75 *	4.35	255
19	エトクアド (Ethoquad) C/12 *	2.50	350
20	エトクアド O/12 *	2.50	106

* アーマク ケミカル社により市販される脂肪鎖の第4級アンモニウム
誘導体の商品名

【0047】 実施例21～27

* 造した。結果を表IIに要約する。

同様な要領で15%のカルナウバロウの微小分散物を製*

【0048】

表 II

実施例	乳 化 剤	濃度 (重量%)	粒子の平均直径 (nm)
21	CTAブロマイド	2.27	179
22	〃	3.41	80
23	〃	5.00	55
24	〃	5.68	51
25	セチル/ステアリルジメチル	3.51	83
26	エタノールアンモニウム クロライド	5.00	71
27	ミリスチルトリメチル アンモニウムブロマイド	3.41	147

【0049】実施例28~40

同様な要領でロウの混合物を10重量%含有する微小分散物を製造した。カチオン系表面活性剤は各々の場合 *

* 3.79重量%のCTAブロマイドである。結果を表 I IIに要約する。

【0050】

表 III

実施例	ロ ウ (重量%)	粒子の平均直径 (nm)
28	カルナウバロウ + パラフィンロウ 9 1	94
29	8 2	124
30	7 3	160
31	カルナウバロウ + オゾケライト*	
32	9 1	94
	7 3	195
33	カルナウバロウ + カンデリラロウ	
34	9 1	67
	7 3	136
35	カルナウバロウ + 水添ジョジョバロウ*	
	9 1	104
36	カルナウバロウ + 米 ロ ウ	
37	9 1	97
38	7 3	173
	5 5	197
39	カルナウバロウ + セラベリナロウ**	
40	9 1	106
	7 3	138

* クエスト インターナショナル社により市販

** エステル化した蜜ロウ(クエスト インターナショナル社製)

【0051】実施例41~43

次の重量組成を有するロウの微小分散物を製造した:

13	14
カルナウバロウ	10%
親油性添加剤	x%
CTAブロマイド	3.79%
水	全体を100%にする必要量

結果を次の表に要約する：

* * 【0052】

表 IV

実施例	親油性の添加剤 x =	平均直径 (nm)
41	着色剤 *	29
42	パー ソルMCX	350
43	パー ソルMCX	256
	ウ ビヌルM40	

*2-イソプロピル 6-ニトロアニリン

【0053】パーソルMCXはギバウダン社により市販されるオクチルメトキシシンナメートの商品名であり、紫外線の濾過剤（「濾光剤」）として利用される。

【0054】ウビヌルM40はBASF社により市販される3-ベンゾフェノンの商品名であり、濾光剤として利用される。

【0055】ロウの微小分散物の製造方法は次の如くである：実施例1の如き方法により、ロウとカチオン系乳※

※化剤と親油性の活性化合物（着色剤又は濾光剤）とを混合した。

【0056】実施例44～46

実施例41～43に記載されたのと同様な要領で、次の重量組成（但し $x + y = 10\%$ ）を有するロウの微小分散物を製造した。

【0057】

カルナウバロウ	x%
油	y%
CTAブロマイド	3.79%
水	86.21%

結果を次の表に要約する。

★ ★ 【0058】

表 V

実施例	ロウ x=	油 y=	粒子の平均直径 (nm)
44a	カルナウバロウ 9	パラフィン油 1	43
44b	7	3	106
45a	カルナウバロウ 9	DV 1	29
45b	7	3	39
46a	カルナウバロウ 9	ヒマワリ油 1	85
46b	7	3	174

DV: フランス特許第2222351号に記載される3-(2-エチルヘキシルオキシ) 1-ヘキサデカノイルオキシ 2-プロパノール

【0059】実施例47~49

* 有するロウの微小分散物を製造した:

同様な要領で、次の重量組成 (但し $x + y = 10\%$) を*

カルナウバロウ	x %
セラミド及び/又はコレステロール	y %
CTAブロマイド	3.79 %
水	86.21 %

結果を次の表に要約する:

※ ※ 【0060】

表 VI

実施例	ロウ + 親油成分 (重量%)	粒子の平均直径 (nm)
47	カルナウバロウ + DVA* 8 2	123
48a	カルナウバロウ + コレステロール 9 1	91
48b	8 2	196
49	カルナウバロウ + DVA + コレステロール 8 1 1	129

*DVA: 式 $C_{15}H_{31}CHOHCH(CH_2OH)NHCOC_{15}H_{31}$ の
セラミド(エリスロ:スレオの混合物)

【0061】化粧品組成物の製造例

★ 次の諸成分を順々に混合して毛髪用ローションを製造し

実施例1C 毛髪用ローション

★ た:

実施例1で得られた10%のロウの微小分散物

97.3 g

17

メチル p-ヒドロキシベンゾエート
SUTTON CABSの名称で市販される
イミダゾリジニル尿素の誘導体

NaOH

水

18

0.1g

0.2g

pH=6.8にする必要量

全体を100gにする必要量

毛髪用ローションを洗髪及び乾燥後に頭髪につき約2gの割合で毛髪に施用した。毛髪は量感があり、また腰もあり、もつれずに整然としていた。

*【0062】実施例2C 毛髪用ローション
次の諸成分を用いて実施例1Cの如く操作した：

実施例15で得られた15%のロウの微小分散物

70g

メチル p-ヒドロキシベンゾエート

0.15g

ゲルマル (GERMALL) 115

0.2g

NaOH

pH=7にする必要量

水

全体を100gにする必要量

毛髪用ローションを清潔で乾燥した毛髪に施用した。毛髪はふっくらと膨脹しておりしかも艶があった。

※このゲルは次の重量組成を有する：

【0064】

【0063】実施例3C及び4C 整髪用ゲル ※

	実施例3C	実施例4C
実施例22の微小分散物	12g	12g
ダウコーニング社によりメトセル60の名称で市販されているメチルヒドロキシプロピルセルロース	2.20g	—
アクアロン社によりナトロソル250HHRの名称で市販されるヒドロキシエチルセルロース	—	1.20g
メチル p-ヒドロキシベンゾエート	0.15g	0.15g
ドウィシル200ダウコーニング社製	0.3g	0.3g
水	全体を100gにする必要量	全体を100gにする必要量

【0065】この整髪用ゲルは頭髪につき2～5gの割合で、毛根を含めて毛髪の長さ全体に沿って清潔で乾燥した毛髪に施用された。

★てもつれずに整然としていた。

【0067】実施例5C 毛髪用ローション

【0066】整髪用ゲルは毛髪中に容易に延展し、毛髪の触感は絹のように柔らかで量感があり、ふっくらとし★

40 この毛髪用ローションは、次の諸成分を順々に混合して製造された：

実施例41で得られたロウの微小分散物

95g

メチル p-ヒドロキシベンゾエート

0.15g

ゲルマル115

0.2g

NaOH

pH=6.8にする必要量

水

全体を100gにする必要量

この溶液(約2g/頭髪)を、洗髪することなく乾燥した毛髪の分け目毎に施用し、5分間接触させておいてからシャンプーを行なった。毛髪は量感があり、整然とし

ていた。髪の房は黄色となっている。

【0068】実施例6C 毛髪用ローション

次の諸成分を用いて実施例1Cの如く操作した：

19

20

実施例43で得られたロウの微小分散物

97g

メチル p-ヒドロキシベンゾエート

0.1g

ゲルマル115

0.2g

NaOH

pH=6.8にする必要量

水

全体を100gにする必要量

この組成物を2g/頭髮の割合で、清潔で乾燥した毛髪
に対して、毛根及び毛髪の長さ全体に亘って施用した。

*保護効果を付与するものである。

【0070】実施例7C

【0069】毛髪は柔らかで整然としておりしかもふっ
くらしとしていた。この組成物を施用すると毛髪に紫外線*

次の諸成分を順々に混合してローションを製造した：

実施例46aで得られたロウの微小分散物

95g

メチル p-ヒドロキシベンゾエート

0.15g

ゲルマル115

0.2g

NaOH

pH=6.9にする必要量

水

全体を100gにする必要量

この組成物を乾燥した且つ清潔な毛髪に施用すると、髪
型はふっくらし且つ艶がある。

※【0071】実施例8C

※ 次の諸成分を用いて実施例1Cの如く操作した：

実施例49で得られたロウの微小分散物

97g

メチル p-ヒドロキシベンゾエート

0.1g

ゲルマル115

0.2g

NaOH

pH=7にする必要量

水

全体を100gにする必要量

この組成物をシャンプー後に施用した。毛髪は手入れが★

★良く、整然としており且つ艶がある。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

A 6 1 K 7/00

K 9165-4C

7/06

8615-4C

9/06

D 7329-4C

9/107

C 7329-4C

Q 7329-4C

47/44

N 7433-4C

C 0 9 G 1/00

Z 6917-4H

(72)発明者 アラン・ルティ

フランス国、77400-ラニイ・エス・マル

ヌ、リュ・ド・メツス、9

【公報種別】特許法第 1 7 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 2 部門第 1 区分

【発行日】平成 1 1 年 (1 9 9 9) 5 月 2 5 日

【公開番号】特開平 5 - 2 2 0 3 8 3

【公開日】平成 5 年 (1 9 9 3) 8 月 3 1 日

【年通号数】公開特許公報 5 - 2 2 0 4

【出願番号】特願平 3 - 5 3 3 7 0

【国際特許分類第 6 版】

B01J 13/00

A61K 7/00

7/06

9/06

9/107

47/44

C09G 1/00

【 F I 】

B01J 13/00 B

A61K 7/00 N

R

J

C

K

7/06

9/06 D

9/107 C

Q

47/44 N

C09G 1/00 Z

【手続補正書】

【提出日】平成 1 0 年 2 月 1 6 日

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 単一相で構成される液体ビヒクル中のロウの分散物の形で存在している流体組成物であって、分散相は 0. 5 μ m 未満の大きさの粒子を含有している安定な微小分散物であり、該粒子は少なくとも 1 種のロウと少なくとも 1 種のカチオン系乳化剤と場合によっては少なくとも 1 種の油及び／又は少なくとも 1 種の油溶性活性成分との混合物から本質的になり、該混合物は 5 0

℃より高く 1 0 0℃より低い最終融点を有し、該組成物は 0. 1 ~ 4 0 重量%のロウと 0. 0 1 ~ 2 5 重量%の乳化剤とを含有し、油が存在する場合にはその濃度はロウ又はロウの混合物の重量につき 3 0 重量%以下である、流体組成物。

【請求項 2】 非イオン系表面活性剤を含有しない請求項 1 記載の組成物。

【請求項 3】 アニオン系表面活性剤を含有しない請求項 1 記載の組成物。

【請求項 4】 アニオン系及び非イオン系表面活性剤を含有しない請求項 1 記載の組成物。

【請求項 5】 乳化剤は第 4 級アンモニウム誘導体である請求項 1 記載の組成物。

【請求項 6】 乳化剤は 1 1 ~ 1 6 の H L B 値を有する

請求項1記載の組成物。

【請求項7】 カチオン系乳化剤は0.1～10重量%の濃度で存在する請求項1記載の組成物。

【請求項8】 油が存在する時には、その濃度はロウ又はロウの混合物の重量について10重量%未満である請求項1記載の組成物。

【請求項9】 油を含有しない請求項1記載の組成物。

【請求項10】 液体ビヒクルは液相の重量につき70～100重量%の水を含有する請求項1記載の組成物。

【請求項11】 ロウ／乳化剤の重量比は1～20の範囲にある請求項1記載の組成物。

【請求項12】 ロウ／乳化剤の重量比は2～10の範囲にある請求項1記載の組成物。

【請求項13】 少なくとも1種の、ロウの非乳化性で両親媒性の化合物例えばコレステロール及び炭素原子が少なくとも12個の脂肪アルコールとロウと組合せ、両親媒性化合物の濃度はロウの重量について30重量%以下である請求項1記載の組成物。

【請求項14】 油溶性活性成分が存在する時にはその濃度はロウ又はロウの混合物について30重量%以下である請求項1記載の組成物。

【請求項15】 乳化剤は別として粒子中のロウ及び場合によっては存在する非乳化性の両親媒性化合物の重量割合は90%以上である請求項1記載の組成物。

【請求項16】 場合によっては油及び／又は油溶性活性物質に添加したロウと乳化剤との混合物を、該混合物の熔融温度よりも高いが100℃を越えない温度で、場合によっては一部分の水の存在下に熔融が完了するまで、加熱し、次いで水性連続相中にロウの微小エマルジョンが形成されるまで前記の温度に少なくとも等しい温度に加熱した水又は残りの水を攪拌により徐々に添加し、次いでロウの微小エマルジョンを室温にまで冷却させこれによってロウの微小分散物を生成することからなる、請求項1記載の流体組成物の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正内容】

【0004】ロウは、一般に或る程度の塑性を有して、水に不溶で油分に可溶で、耐水性のフィルムを形成できる、常温（21℃）で固体の天然物質（動物質又は植物質）又は合成物質である。これらロウの定義は例えばP. D. Dorganの“Drug and Cosmetic Industry”（1983）30～33頁及びH. W. Hibbotの“Handbook of Cosmetic Science” Pergamon Press（1963）60頁に挙げることができる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】カルナウバの植物ロウ（Copernicia Ceriferaのエキス）、カンデリラの植物ロウ（Euphorbia Cerifera及びPedilanthus Pavonisのエキス）及びアルファの植物ロウ（Stipa Tenacissimaのエキス）は市販の商品である。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正内容】

【0029】本発明の組成物に場合によっては存在する副成分は状況に応じて原料化合物に添加するか又は目的とされる組成物に添加される。油溶性成分は一般に微小分散物の生成前にロウに添加される。